

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-262403

(43)Date of publication of application : 19.10.1989

(51)Int.Cl.

G01B 7/34

G01N 23/00

H01J 37/08

(21)Application number : 63-089024

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 13.04.1988

(72)Inventor : TANAKA SHINJI

HOSAKA SUMIO

SATO KAZUO

KAWAMURA YOSHIO

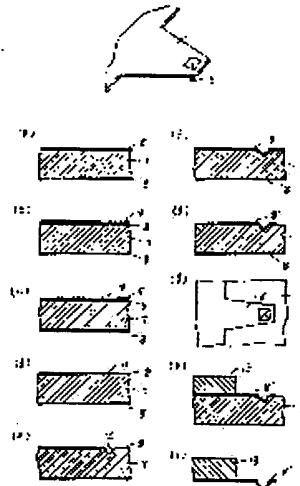
HOSOKI SHIGEYUKI

## (54) PROBE AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To faithfully trace the surface shape of a body to be measured and to measure the shape with high resolution and high accuracy by providing a needle-like chip which is sharp in a direction close to the normal direction of the surface of a plate to the tip of the plate.

CONSTITUTION: This probe consists of the flexible plate 1 made of silicon oxide or silicon nitride and the quadrangular prismatic needle-like chip 5 which is constituted integrally with the plate 1 atop of the plate 1 at a different angle from its surface. Oxide films 8 are formed on both surfaces of an Si wafer 7 and photoresist 9 is formed on one surface; and a rectangular pattern 10 is formed by an exposure device, the resist 9 is used as a mask to form a pattern 11 on the oxide film 8 with mixed liquid of fluoric acid and an ammonium fluoride solution, and the resist 9 is removed. Anisotropic etching is carried out by using a KOH solution while the oxide film 8 is used to form a recessed part of a '111' surface 12, the upper oxide film is removed, and an oxide film is formed again on the entire surface. A similar process is carried out to form a pattern 8' on the upper oxide film, a substrate 13 of glass, etc., is adhered to the oxide film, and the substrate 7 is removed with the KOH solution.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平1-262403

⑬ Int. Cl. 4

G 01 B 7/34  
G 01 N 23/00  
H 01 J 37/08

識別記号

府内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)10月19日

Z-8505-2F

7807-2G

7013-5C審査請求 未請求 請求項の数 7 (全5頁)

⑮ 発明の名称 プローブおよびその製造方法

⑯ 特 願 昭63-89024

⑯ 出 願 昭63(1988)4月13日

⑰ 発明者 田中伸司 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
 ⑰ 発明者 保坂純男 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
 ⑰ 発明者 佐藤一雄 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
 ⑰ 発明者 河村喜雄 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
 ⑰ 出願人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地  
 ⑰ 代理人 弁理士 小川勝男 外1名

最終頁に続く

## 明細書

微とする原子間力顕微鏡。

## 1. 発明の名称

プローブおよびその製造方法

5. 請求項4記載のものにおいて、プローブの偏位を静電容量型距離検出手段で検知することを特徴とする原子間力顕微鏡。

## 2. 特許請求の範囲

6. 請求項4記載のものにおいて、プローブの偏位を光学的距離検出手段で検知することを特徴とする原子間力顕微鏡

1. 可燃性を有する酸化珪素又は窒化珪素からなるプレートと、該プレートの先端に該プレート面と異なる角度で該プレートと一体に構成された針状のチップを有することを特徴とするプローブ。

2. プレートと該プレートの先端に該プレート面と異なる角度で該プレートと一体に構成された酸化珪素又は窒化珪素から成る針状のチップと、該プレートを支持し、その振りによって該プレートを剛体的に回転せしめる支持棒を有して構成されることを特徴とするプローブ。

3. 請求項1又は2記載のプローブの表面の少なくとも一部を導電性材料で覆つて構成したことを特徴とするプローブ。

4. 請求項1～3のいずれかに記載のプローブを原子間や検出用プローブとして用いることを特徴とするプローブ。

7. 請求項1に記載のプローブの製造方法において、該チップを得るためにSiウェハに化学エッチングにより凹部を形成し該凹部の表面に、熱酸化による酸化珪素又はCVDによる窒化珪素のマスクを形成する工程と、該マスクをパターニングする工程と、複数したSi部を化学エッチングで除去する工程から成ることを特徴とするプローブの製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明はプローブ及びその製造方法に関し、特に原子間力顕微鏡のプローブとして用いるに好適なプローブ及びその製造方法に関する。

## 〔従来の技術〕

従来、原子間力検出プローブについては、ヨーロッパフィジクス、レター3(1987)第1281頁から第1286頁(Europhys. Lett. 3(1987) PP1281~1286)において論じられている。

第2図は、従来の原子間力検出顕微鏡(AFM)の構成を示す。一般に従来のSTMでは、第1図のトンネリングチップ3はサンプル2に直接作用する。すなわち、トンネリングチップ3とサンプル2間のトンネル電流が一定となるようにチップ3にフィードバックし、チップ3とサンプル2の距離を保持することによって、サンプル2の表面形状が計測される。しかし、STMでは、サンプル2や導体でなければならないという制約があった。原子間力検出顕微鏡は、STMの欠点を解消するものである。第2図に示すプレート1の先端は、原子間力をうけてプレート1がたわみ、先端部とサンプルの距離は一定に保たれ、サンプル2の形状をトレースすることができる。プレート1に企

レート面の法線方向であるのに対し、従来の方法では、これよりも多少ずれた方向となつていて、この問題がある。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

従来の技術では原子間力検出プレートを平面状にしか製作できず、しかもその先端は十分に鋭利な針状チップとはなっていない。このため、特に表面の凹凸のアスペクト比が高い試料り表面にプローピングするさいに、チップの鋭利さの不足に伴う解像度の低下が避けられないという欠点があった。

本発明の目的は、プレートの先端に、プレート面の法線方向又はそれに近い方向に鋭利な針状のチップを一体で形成したプローブおよびその製造方法を提供する。

## 〔課題を解決するための手段〕

上記目的は、可溶性を有する酸化珪素又は、窒化珪素からなるプレートと、該プレートの先端に該プレート面と異なる角度で該プレートと一体に構成された針状のチップを有すること、半導体リ

属を蒸着しておけば、サンプル2が導体でなくとも、トンネリングチップ3は、プレート間のトンネル電流を一定に保つて変位するようにフィードバックされるのでプレート1を介して、サンプル2の形状を間接的にトレースすることになる。この場合、サンプル形状を精度よくトレースするためには、プレート1の先端部を鋭利に加工する必要がある。

しかしながら、従来の技術では、プレート先端のチップを製造するのが困難なため、第2図(b)のように長方形プレートの角部で代用したり、第2図(c)のように三角形プレートの先端を用いるなどチップの先端が鋭利に加工されない状態で用いられている。従つて、第2図(a)に示すように、プレート1は、被測定物に対して傾けて測定するなどの方法がとられている。このため、従来技術によるプレートを用いた場合には、表面凹凸のアスペクト比が高い試料では忠実にその表面形状を表わすことができない。また、プレート1がたわみをより感受しやすい力の方向は、ブ

ソグラフィ技術を用いてSiウェハに針の形状を転写するための凹部を形成し、次いで該凹部が形成された表面に母材と異なる膜を形成し、その後プレート部を形成し、さらに残ったSiをエッチングによって除去することによって達成される。

## 〔作用〕

本発明によれば、プレート面に形成した十分に鋭利な針状のチップを有しているので、例えばチップの先端の原子が、表面原子との間で原子力を受けるので、プレート部は発生した原子間力を感受してたわみ、正確にチップの先端の原子の受けける力を検出することができる。また、この場合チップの先端をプレート面から突出して設けることによって原子間力を感受する性能を向上させることができる。これらの結果、チップ先端以外の場所の原子が被測定物の表面原子との間で力を及ぼし合うことが極めて少なくなるので、AFMのように一定の力を保ちつつ表面形状を測定する場合に試料表面内に位置誤差なく、表面形状あるいは力分布等を正確に測定することができる。

## 【実施例】

次に本発明のプローブを実施例に基づき説明する。第1図は、熱酸化膜(SiO<sub>2</sub>)から成り、先端に突出した鋭利な針を有するプローブを示す。すなわち第1図(a)は、プレート部1の先端に、プロート面外に突出した構造のチップ5を有するAFMプローブ示し、第1図(b)、(c)はそれぞれ、四角錐状、円錐状のチップ5を有するAFMプローブを示す。第1図に示したプローブはいずれもプレート1の部分で原子間力を受けてたわむ構造となつている。本構造のように、プレート面外に突出した針状チップ5を形成することにより、感度の高いAFMプローブとなつている。

第3図にはもう一つのプローブの形状を示す。本構造の場合は、回転軸6を支点として、構造全体や回転する機構を有している。このため、針状チップ5が原子間力をうけた時にプレート1は、たわむことなく、回転軸6を中心として回転する構造となる。また、STMの針部3はプレート後部1'の変位に追従して一定の距離を保つこと

よつてサンプルの形状を精度良くトレースすることができる。トンネリングチップ3とプレート1'の距離を一定に保つ方法としては、トンネル電流を検出して、その値を一定に保つように、ビエゾ素子等でトンネリングチップ3を変位させる方法が考えられる。なお、第3図に示す構造のプローブであれば、プレート部1と1'の長さ比を変化させることによつて微細な形状を拡大としてトレースすることも可能である。

なおプローブの動きを測定する方法として、上述のトンネリングチップを用いる手段の他に、該プレート1'に対向して平板電極を設け、その間の静電容量の変化を検出する方法や、該プレート1'にレーザ光を斜入射させて、その反射光の角度変化をみる方法が考えられる。

次に、上述の代表的なプローブの製造方法について述べる。第4図は、第1図(b)に示すプローブの製造方法の説明図である。初めに、Siウエハ7に酸化膜8を形成する(第4図(a))。ついで、その片面にフォトレジスト9を形成する

(第4図(b))。次に露光装置によつて露光、現像を行い四角パターン10を形成する(第4図(c))。さらに、レジスト9をマスクとして、フッ酸およびフッ化アンモニウム溶液の混合液を用いて酸化膜にパターン11を形成し、レジストを除去する(第4図(d))。次に、酸化膜8をマスクとして、KOH等のアルカリ系水溶液によつて異方性エッティングすることにより、(111)系の面12から成る凹部を生じる(第4図(e))。その後、上部の酸化膜を除去し、再度全面に酸化膜を形成する(第4図(f))。次に、同様の工程を経て上部の酸化膜に、第4図の(g),(g')に示すパターン8'を形成する。さらに上部の酸化膜にガラス等の基板13を接着し、(第4図(h))、シリコン基板7をKOH水溶液で除去することによつて所望の形状のプローブを得る(第5図(i))。

最後に、トンネル電流を検出するため、原子間力検出プレートの上面に、Au等の金属を蒸着して導電性を付与し、実用に供するAFM用プロ

ーブが完成する。

上記実施例では、第1図(b)に示すプローブの製造方法について示したが、第1図(a)のプローブについても同様の方法で製造可能である。一方、第1図(c)のプローブは、第4図(c),(d)で形成するパターン11を円形とし、次いでCF<sub>4</sub>等のガス中でドライエッティングを行うことにより、針状の深みぞを形成できる。次いで酸化膜を形成し、第4図(g)以降と同様のプロセスを経ることによつて第1図(c)のプローブを得ることができる。なお、第3図に示すプローブでは、第1図(a)と同様のプロセスで形成可能である。

なお実施例では、第1図および第3図に示す構造のプローブを作るために、第4図でSiO<sub>2</sub>をマスクとしたが、これはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>で代用することも可能である。

これらの原子間力検出プローブに導電性をもたせて原子間力による表面形状測定とともに電子分光等の電気計測を行うこともできる。また、以上

の構造物、構成を用いた類似装置も本発明の範囲である。

## 〔発明の効果〕

以上の実施例から明らかなように、本発明のプローブは高精度の鋭利な突起部と適度のたわみを生じるプレート部からなるプローブを形成できる。この結果、プレート先端のチップは被測定物の表面形状を忠実にトレースし、分解能が高く高精度の形状測定が可能となる。

## 4. 図面の簡単な説明

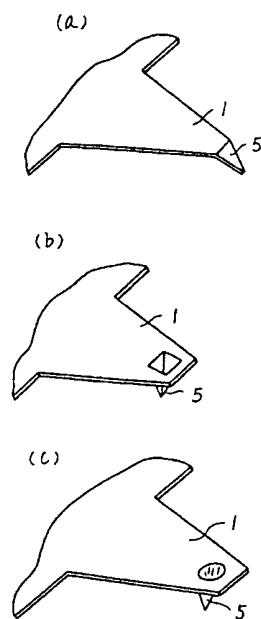
第1図は本発明の実施例を示す  $\text{SiO}_2$  で形成されたプローブの概観図、第2図は従来の原子間力検出顕微鏡 (AFM) を示す構成図、第3図は本発明の他の実施例を示す  $\text{SiO}_2$  から成り、原子間力をうけて回転する構造のプローブの概観図、第4図は本発明のプローブの製造方法の実施例を示すための断面図である。

1…プレート、5…針状チップ、6…回転軸。

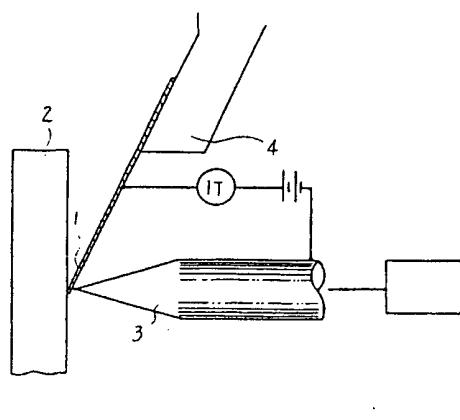
代理人弁理士 小川勝男

1 プレート  
5 針状チップ

第1図

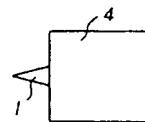
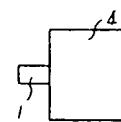


第2図



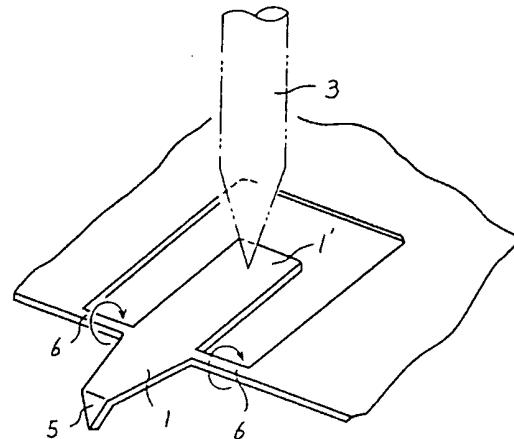
(b)

(c)



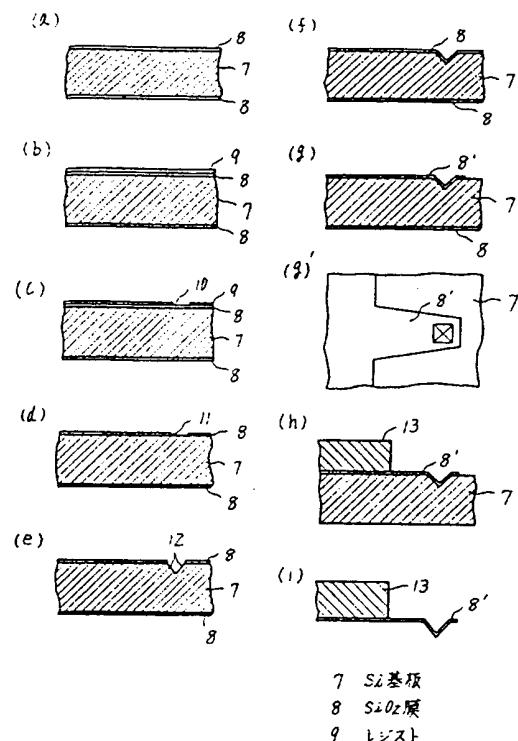
1 プレート  
2 サンプル  
3 トネリングチップ  
4 サポート

第3図



1 プレート  
1' " "  
3 トネリングチップ  
5 針状チップ  
6 回転軸

## 第4図



7 Si基板  
8 SiO<sub>2</sub>層  
9 レジスト

第1頁の続き

②発明者 細木 茂行 東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内